


## MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND MAGNETIC STORAGE DEVICE

**Patent number:** JP2000215434  
**Publication date:** 2000-08-04  
**Inventor:** INABA NOBUYUKI; YAMAMOTO TOMOO; TAKEUCHI TERUAKI; IGARASHI KAZUSUKATSU; TAKAHASHI YOSHIO  
**Applicant:** HITACHI LTD  
**Classification:**  
- international: G11B5/66; G11B5/85; H01F10/30  
- european:  
**Application number:** JP19990013358 19990121  
**Priority number(s):**

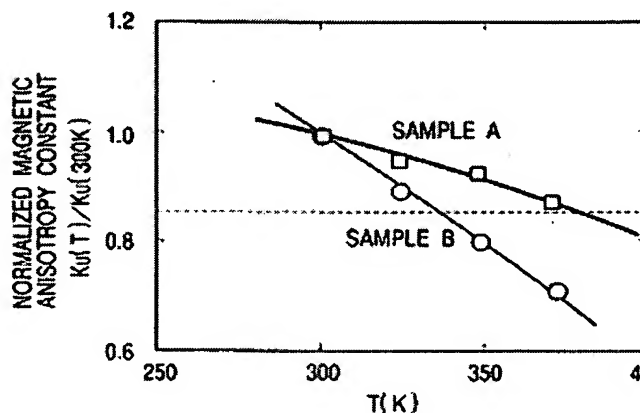
Also published as:

 US6365287 (B)

## Abstract of JP2000215434

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain a magnetic recording medium having high magnetically anisotropic energy, ensuring a stable magnetized state for recording in the service temperature range of a device, generating little medium noise and suitable for high density recording by specifying magnetically anisotropic energy at a specified absolute temperature, the average grain diameter of magnetic grains and the ratio between magnetic anisotropy constants at different absolute temperatures.

**SOLUTION:** This magnetic recording medium has a magnetic recording film having  $\geq 3.6 \times 10^6$  erg/cc magnetic anisotropy constant  $K_u$  ( $T=300$  K) at 300 K absolute temperature  $T$  and  $>5$  to  $<12$  nm average grain diameter ( $d$ ) of magnetic grains defined by the diameter of a circle whose area is equal to the area of a magnetic grain in the intrasurface direction of the film. The magnetic recording film satisfies the relation of  $K_u(350\text{ K})/K_u(300\text{ K}) \geq 0.85$  between the magnetic anisotropy constant  $K_u(300\text{ K})$  at 300 K absolute temperature  $T$  and the magnetic anisotropy  $K_u(350\text{ K})$  at 350 K absolute temperature  $T$ . The magnetic recording film is deposited by ECR sputtering and heat treatment is carried out after deposition.



Data supplied from the esp@cenet database - Patent Abstracts of Japan

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-215434

(P2000-215434A)

(43) 公開日 平成12年8月4日 (2000.8.4)

(51) Int.Cl.	識別記号	FI	テロト (参考)
G11B 5/66		G11B 5/66	5D006
5/85		5/85	C 5D112
H01F 10/30		H01F 10/30	5E049

審査請求 有 請求項の数 6 OL (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平11-13358  
(22) 出願日 平成11年1月21日 (1999.1.21)

(71) 出願人 000005108  
株式会社日立製作所  
東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地  
(72) 発明者 稲葉 信幸  
東京都国分寺市東荏ヶ窪一丁目280番地  
株式会社日立製作所中央研究所内  
(72) 発明者 山本 朋生  
東京都国分寺市東荏ヶ窪一丁目280番地  
株式会社日立製作所中央研究所内  
(74) 代理人 100068504  
弁理士 小川 勝男 (外2名)

最終頁に続く

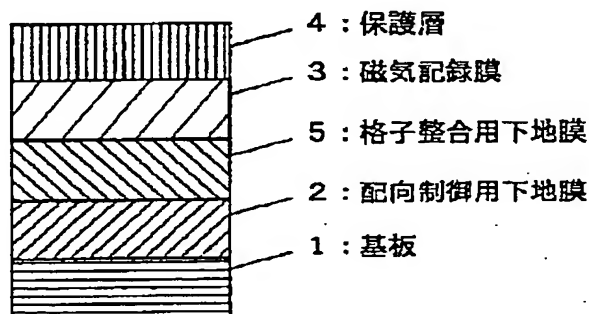
(54) 【発明の名称】 磁気記録媒体及び磁気記憶装置

(57) 【要約】

【課題】 磁気異方性エネルギーが高くかつ装置の動作温度範囲で記録磁化状態が安定に存在するほか、媒体雑音が少ない高密度記録に適した磁気記録媒体とそれを用いた磁気記憶装置を提供すること。

【解決手段】 磁気記録媒体の磁気記録膜は、300Kにおいて、磁気異方性エネルギー  $K_u$  が  $3.6 \times 10^6 \text{ erg/cc}$  よりも大きく、かつ、磁性結晶粒の平均粒径が5nmよりも大きく12nmよりも小さい。

図 1



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 所定の基板の上に磁気記録膜を形成した磁気記録媒体であって、当該磁気記録膜は、絶対温度 $T$ が300Kのときの磁気異方性定数 $K_u$ が、

$K_u(T=300K) \geq 3.6 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ であり、かつ、膜面内方向での磁性結晶粒の面積と等面積である円の直径で定義した磁性結晶粒の平均粒径 $d$ が $5 \text{ nm} < d < 12 \text{ nm}$

であることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 前記磁気記録膜は、絶対温度 $T$ が300Kのときの磁気異方性定数 $K_u(T=300K)$ と絶対温度 $T$ が350Kのときの磁気異方性定数 $K_u(T=350K)$ との間で、 $K_u(T=350K)/K_u(T=300K) \geq 0.85$ を満足することを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 前記磁気記録膜は、磁性結晶粒の平均体積を $V$ として、磁性結晶粒が持つ磁気異方性定数 $K_u$ と平均体積 $V$ との積の、ボルツマン定数 $k_B$ と絶対温度 $T$ との積で与えられる熱振動エネルギーに対する比が、絶対温度 $T$ が300Kのときと350Kのときとで、

$[K_u V / k_B T](T=350K) / [K_u V / k_B T](T=300K) \geq 0.73$

であることを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 前記磁気記録膜は、絶対温度 $T$ が350Kのときの前記比が

$[K_u V / k_B T](T=350K) > 85$

であることを特徴とする請求項3に記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 所定の基板の上に磁気記録膜を形成した磁気記録媒体に記録を行なう磁気記憶装置において、前記磁気記録膜は、絶対温度 $T$ が300Kのときの磁気異方性定数 $K_u$ が

$K_u(T=300K) \geq 3.6 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ であり、かつ、膜面内方向での磁性結晶粒の面積と等面積である円の直径で定義した磁性結晶粒の平均粒径 $d$ が $5 \text{ nm} < d < 12 \text{ nm}$

であることを特徴とする磁気記憶装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、高密度磁気記録に好適な磁気記録媒体及び当該磁気記録媒体を用いた磁気記憶装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】磁気記録には、面内磁気記録方式と垂直磁気記録方式があり、現在、前者の記録方式が一般的に用いられている。面内記録方式は、磁気ヘッドからの磁界により、磁気記録媒体の面に平行に、かつ、磁極のN極同士及びS極同士を互いに突き合わせる方向に記録ビ

ットを形成して磁気記録を行なう方法である。高密度記録で再生出力を高めるためには、記録されたビットに作用する反磁場の影響を低減することがポイントとなり、そのため、磁性膜の膜厚を薄くし、膜面内の保磁力を増大することが行なわれる。

【0003】また、垂直記録方式は、磁気ヘッドからの磁界により、垂直磁気異方性を有する磁気記録媒体の膜面に対して垂直に、かつ、隣り合うビットの磁化方向が反平行となるように記録ビットを形成して磁気記録を行なう方法である。この場合、隣合うビットで磁極の極性が互いに反対になり、隣接するビットの磁気モーメント同士が引合うようになるため、記録磁化が安定化し、保磁力を増大させて高密度記録を行なうのに有利となる。

【0004】このように、両記録方式とも記録密度向上のために保磁力の増大が重要であるが、その保磁力を決める要因の一つに結晶磁気異方性エネルギーがある。これは磁性結晶粒中の磁気モーメントをある特定の結晶方向に向けるときの向き易さを示すエネルギーであり、この値が大きいほど、その方向に向き易いことを示している。例えば、Co結晶粒の場合は、六方稠密結晶格子のc軸方向が磁気モーメントの向き易い方向であり（磁化容易軸）、その結晶磁気異方性エネルギー（磁気異方性定数） $K_u$ は、1立方cm当たり $4.6 \times 10^6 \text{ erg}$ である。

【0005】結晶粒の体積が $V$ であるとき、結晶粒中の磁気モーメントを磁化容易軸方向に向けて置くエネルギーは、 $K_u V$ で与えられる。一方、磁気モーメントは、熱振動のために揺らいでいる。このときの熱振動エネルギーは、ボルツマン定数 $k_B$ と絶対温度 $T$ に対して、 $k_B T$ で与えられる。

【0006】ここで $k_B T$ と $K_u V$ を比較すると、 $k_B T < K_u V$ の場合は磁気異方性エネルギーが十分大きいいため、磁気モーメントは、ほぼ結晶粒のc軸方向に向くことになる。 $k_B T > K_u V$ の場合は、磁気異方性エネルギーに比べて熱振動のエネルギーの方が大きいため、磁気モーメントは、熱振動し続けることになる（超常磁性状態）。この熱振動により、時間当たりのある確率のもとで磁気モーメントの反転が起こる。例えば、1秒間に $1/e$ の確率で磁気モーメントが反転するのに必要な熱振動エネルギーは $25 k_B T$ である。反転が起こると、確率に従って時間と共に保持力が低下し、記録密度の低下を招く。従って、記録媒体は、少なくとも $25 k_B T < K_u V$ の関係を満足するように設定される。

【0007】さて、高密度磁気記録に用いられる従来の媒体の例として $\text{Co}_{92}\text{Cr}_8$ 、 $\text{Ta}_4$ 合金磁性膜がある〔例えば第1の米国文献「IEEE・トランザクション・オブ・マグネティクス(IEEE transaction of Magnetics)」第34巻第4号（1998年7月発行）第1558頁～第1560頁参照〕。この記録媒体の磁気異方性エネルギー $K_u$ は、絶対温度 $T$ が約300Kで1立方cm当た

り $1.3 \times 10^6 \text{ erg}$ である。

【0008】上記媒体は、磁性結晶粒の大きさが平均粒径で約15nm、膜厚が20nm程度であり、このとき磁性結晶粒1個の持つ磁気異方性エネルギーは $K_v = 4.6 \times 10^{-12} \text{ erg}$ となる。一方、室温300Kでの熱振動エネルギーは $k_B T = 4.1 \times 10^{-14} \text{ erg}$ であり、 $K_v \gg 25 k_B T$ となる。即ち、現状の結晶粒サイズでは、熱振動のエネルギーに比べて磁気異方性エネルギーの方が十分大きいので、磁気モーメントは磁化容易軸方向に固定され、十分な大きさの保磁力が得られる。

【0009】次に、両記録方式とも記録密度向上には、高密度記録での再生出力を高めることのほかに、媒体雑音を低減することが重要となる。高密度記録状態での媒体雑音は、主に、記録ビットの遷移領域のジグザグ磁壁に起因しており、磁壁の揺らぎが大きいかほど雑音が増大することから、雑音を低減するために、磁気記録媒体を構成する磁性結晶粒の粒径を小さくし、遷移領域での磁壁の揺らぎを小さくすることが通常行なわれる。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】従来の記録密度は、実験データであるが、1平方インチあたり10Gbitに達している【例えば第2の米国文献「第7回MMM-インターマグ・ジョイント会議(The 7th MMM-Intermag Joint Conference)」(1998年1月開催)セッションZ A (session ZA) 論文集参照】。ビット長とトラック幅との比率を一般的に使用されている約20対1の比率とした場合、この記録密度での線記録密度は、約400kFCI (Flux Change per Inch: 1インチ当たりの磁化反転数)となり、ビット長はほぼ60nmとなる。

【0011】現在、一般的に使用されている面内磁気記録用薄膜媒体の結晶粒径が約15nm程度であることから、現状の結晶粒径で60nmのビット長を構成するためには、ビット方向にたかだか4個の結晶粒が並ぶことになる。その結果、遷移領域でのジグザグ磁壁が大きくなる。即ち、磁壁の揺らぎが大きく、雑音の問題が避けられない。

【0012】そこで、前記第1の文献の従来媒体を取り上げ、その記録密度を高めかつ雑音を軽減することを目的として、従来の手法に従って結晶粒サイズを例えば粒径10nmとし、膜厚を例えば10nmに設計したとすると、この結晶粒の持つ磁気異方性エネルギーは $K_v = 1.2 \times 10^{-12} \text{ erg}$ となり、従来媒体の磁性結晶粒が設計前に持っていた磁気異方性エネルギーに比べ、磁気異方性エネルギーは約1/4に減少するが、 $K_v > 25 K_B T$ の関係を満足している。

【0013】しかし、このように単に結晶粒サイズを小さくし膜厚を薄くしただけでは、媒体は、次に述べるように動作温度の範囲の高温で保磁力が低下し、十分な再生出力を得ることができない。即ち、上記結晶粒の温度

が50K上昇して350Kになると、熱振動エネルギーは $k_B T = 4.8 \times 10^{-14} \text{ erg}$ と増加する。一方、磁気異方性エネルギーは、一般的に温度上昇に伴い減少し、キュリー温度で消失する。前記第1の米国文献の $\text{Co}_2\text{Cr}_2\text{Ta}$ の場合、 $T = 300\text{K}$ で $K_u = 1.3 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ であるのに対し、 $T = 350\text{K}$ では $K_u = 1.0 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ であり、50Kの温度上昇で $K_u$ は20%以上低下する。

【0014】従って、 $T = 350\text{K}$ での結晶粒1個の持つ磁気異方性エネルギーは、 $K_v = 7.9 \times 10^{-11} \text{ erg}$ となり、熱振動エネルギーと磁気異方性エネルギーとの関係は $K_v < 25 k_B T$ となり、結晶粒中の磁気モーメントは熱振動のために磁化容易軸方向に固定されにくくなり、保磁力が低下し、記録磁化状態が安定に存在しなくなる。

【0015】本発明の目的は、上述した従来技術の欠点を解消し、磁気異方性エネルギーが高くかつ装置の動作温度範囲で記録磁化状態が安定に存在するほか、媒体雑音が少ない高密度記録に適した磁気記録媒体を提供し、更に、当該記録媒体を用いた磁気記憶装置を提供することにある。

【0016】

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するための本発明の磁気記録媒体は、300Kにおいて磁気異方性エネルギー $K_u$ が $K_u \geq 3.6 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ であり、かつ、磁性結晶粒の平均粒径 $d$  (膜面内方向での磁性結晶粒の面積と等面積である円の直径で定義した粒径)が $5\text{nm} < d < 12\text{nm}$ であることを特徴としている。そのような記録媒体は、後で詳述するが、例えば、配向制御用の下地膜の上に格子整合用の下地膜を形成し、その上に添加元素を含むCo-Cr合金系磁性体を成膜し、成膜後に熱処理を行なって添加元素を結晶粒界内に拡散させた記録媒体によって実現することができる。

【0017】まず、上記の磁性結晶粒径は、粒径を大きくすると結晶粒径分布や結晶粒配列の分布等に起因した遷移領域でのジグザグ磁壁の揺らぎが大きくなり、遷移雑音に起因した媒体雑音が増大すること、反対に、粒径を小さくすると結晶粒の体積が小さくなり、磁気異方性エネルギーが低下することの2点に注目して最適範囲を設定したものである。

【0018】線記録密度が前記した400kFCIで、ビット長が約60nmとなる場合、ビット長方向を構成する結晶粒の数が4個では雑音の問題から不足であり、少なくとも5個とする必要があることが雑音の調査の結果から判明した。このことから、磁気記録膜を形成する磁性結晶粒の平均結晶粒径は、12nm未満とする必要がある。一方、磁性結晶粒の径を5nm以下にすると、結晶粒の体積が小さくなり過ぎるため、磁性結晶粒の持つ磁気モーメントを磁化容易軸方向に向けておくための磁性結晶粒の有する磁気異方性エネルギーに比べ磁気モ

ーメントの熱振動エネルギーのほうが大きくなるため、磁気モーメントが磁化容易軸方向に安定して向くことが不可能となり、超常磁性の性質を示すようになる。このため、磁性結晶粒子の平均粒径 $d$ は、 $5\text{ nm} < d < 12\text{ nm}$ と設定される。

【0019】次に、上記磁気異方性エネルギー $K_u$ は、温度変化に対して記録磁化状態が十分に安定に存在するためには、磁性結晶粒の磁気異方性エネルギーと熱振動エネルギーとの比 $K_u V / k_B T$ が、磁気記憶装置即ち磁気記録再生装置の動作温度範囲で充分大きな値を持つ必要があるとの観点から導いたものである。

【0020】まず、磁気モーメントエネルギー $K_u V$ と熱振動エネルギー $k_B T$ の関係を再生出力の時間に対する安定性に着目して調べた結果が第3の米国文献「IEEE・トランザクション・オブ・マグネチックス(IEEE transaction of Magnetism)」第33巻第5号(1997年9月発行)第3028頁～第3030頁に報告されている。この文献では、ビット記録直後と96時間放置後のヘッドの再生信号の出力の変化を比較し、 $K_u V / k_B T$ が約85の場合は、96時間後の出力低下が高々4%程度であるのに対し、 $K_u V / k_B T$ が55程度の場合では96時間後の出力低下は10%以上になることが報告されている。

【0021】96時間後の出力低下4%は、磁気記憶装置の記録再生特性として望ましく、従って、少なくとも磁気記憶装置の動作温度範囲で記録磁化が安定に存在するためには、動作温度の上限となる $T = 350\text{ K}$ 近傍で $K_u V / k_B T > 85$ を満足する必要がある。また、高密度記録を実現するためには、上記のように $5\text{ nm} < d < 12\text{ nm}$ の平均結晶粒径を実現する必要があり、この結晶粒サイズから、 $T = 350\text{ K}$ における $K_u V / k_B T > 85$ の条件を満足するための磁性結晶粒の磁気異方性エネルギーは、 $K_u (T = 350\text{ K}) \geq 3.0 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ と設定される。

【0022】また、磁気異方性エネルギーは、記録媒体の保磁力の主因になっている。このため、磁気記憶装置の動作温度範囲で磁気異方性が大きく変化すると、それに伴い、保磁力の温度依存性も増大する。従って、 $T = 300\text{ K}$ から $T = 350\text{ K}$ の温度範囲で保磁力の変化を10%程度に押さえることが望ましく、このことから磁気異方性エネルギーの温度変化は、 $K_u (T = 350\text{ K}) / K_u (T = 300\text{ K}) \geq 0.85$ と設定される。これから、前記した $T = 300\text{ K}$ のときの磁気異方性エネルギー $K_u$ は、 $K_u (300\text{ K}) \geq 3.6 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ が導かれる。更に、 $[K_u V / k_B T] (T = 350\text{ K}) / [K_u V / k_B T] (T = 300\text{ K}) \geq 0.73$ が導かれる。

【0023】以上のように、高密度記録に対応させる磁気記録媒体は、微細結晶粒状態で安定に記録磁化状態を保持するために、磁気記録膜(磁気記録層)を構成する

磁性体の磁気異方性エネルギーを従来材料よりも大きくし、かつ、少なくとも磁気記憶装置の動作温度範囲内で磁気異方性エネルギーの温度変化を小さくする必要がある。

【0024】なお、媒体の磁化遷移領域のジグザグ磁壁に起因した遷移性雑音を低減するために、記録ビットとそれに隣接する記録ビットとの間の磁化遷移領域の遷移長幅を小さくすることが望ましい。

【0025】媒体の磁化遷移長幅は、一般的に、媒体を構成する磁気記録膜の膜厚 $t$ と、その磁気記録膜の残留磁束密度 $B_r$ との積に比例する。従って、残留磁束密度膜厚積 $B_r \cdot t$ が小さいほど雑音が低下し高線記録密度で媒体 $S/N$ が向上する。しかし反面、 $B_r \cdot t$ の減少は、記録ビットからの漏洩磁束の低下に繋がり、再生ヘッドの出力が低下する。

【0026】このため、残留磁束密度膜厚積 $B_r \cdot t$ の望ましい範囲は、高線記録密度での高い媒体 $S/N$ の確保と出力低下の防止の観点から、 $30\text{ Gauss} \cdot \mu\text{m} < B_r \cdot t < 80\text{ Gauss} \cdot \mu\text{m}$ の範囲に設定される。

【0027】続いて、記録媒体を形成するための材料について説明する。磁性合金の磁気異方性エネルギーは、その磁性体を構成する元素の組み合わせや組成比、また、秩序合金(order alloy)の場合には秩序状態にあるのか、或いは、非秩序状態にあるのか等に大きく影響される。傾向として、CoにPt等の貴金属元素やSm等の希土類金属元素を添加すると磁気異方性が増加し、Crのような非磁性元素を添加すると飽和磁化が減少し、磁気異方性もそれに伴い低下する。また、非磁性元素の添加量が増大するほどキュリー温度が低下し、磁気異方性エネルギーの室温近傍での温度変化が大きくなる。

【0028】磁気記録媒体は磁性結晶粒の多結晶薄膜であり、各結晶粒の磁気特性が膜全体のマクロな磁気特性を担っている。即ち、個々の磁性結晶粒が大きな磁気異方性エネルギーを持ち、磁気記録装置の動作温度範囲に比べて十分高い温度にキュリー温度があり、動作温度範囲内での磁気異方性エネルギーの温度変化が小さい特性を持てば、媒体膜のマクロな磁気特性も同様の傾向を有することとなる。

【0029】従って、個々の磁性結晶粒中の強磁性元素や貴金属元素、希土類金属元素等の比率を増大させ、非磁性添加元素の割合を減少させればよいことになる。その反面、単純に磁性結晶粒中の磁性元素の比率を増大させると結晶粒間に交換相互作用が働くこととなり、媒体の記録再生特性の観点からは記録ビットの遷移領域でジグザグ磁壁に起因した雑音が増大することとなる。このため、結晶粒間の交換相互作用が切れるような構造、即ち、結晶粒界を非磁性化する必要がある。

【0030】以上に示したように、結晶粒自体に要求される磁気特性と結晶粒界に要求される磁気特性との間には、相反する性質を有することとなる。

【0031】そこで、両特性を満足する媒体を実現するために、後で詳述するように、Co-Cr合金系磁性体について従来のスパッタリング法に比べスパッタエネルギーの高い成膜法を用い、成膜後に熱処理を行なうことが効果的である。それにより磁性結晶粒内から添加元素を結晶粒界面に拡散・偏析させることが可能になり、課題を満足する媒体構造を実現することができる。

【0032】

【発明の実施の形態】以下、本発明に係る磁気記録媒体及び磁気記憶装置を図面に示した発明の実施の形態を参照して更に詳細に説明する。なお、図1、2における同一の符号は、同じ性能特性を有する部分を示すものとする。

【0033】面内磁気記録用媒体の構造を図1に示す。同図において、1は媒体の基板である直径3.5インチディスク用石英基板、2は、石英基板1上に形成した磁性膜の配向制御用下地膜、5は、配向制御用下地膜2の上に形成した格子整合用下地膜、3は、格子整合用下地膜5の上に形成したコバルト合金薄膜による磁気記録膜、4は、磁性膜3のC（カーボン）による保護膜である。格子整合用下地膜5は、本実施例で特に設けたもので、磁性膜3と格子整合する。

【0034】洗浄した石英基板1をスパッタリング成膜装置に設置し、 $1 \times 10^{-8}$  Torr以下の真空度まで排気したのち、基板1を300℃まで加熱し、定常温度で1時間放置した。この基板1上に、配向制御用下地膜2としてCr膜（膜厚：10nm）を、続いて格子整合用下地膜5としてCr-15at.（atomic）%Ti膜（膜厚：20nm）を順次成膜した。この2層構造の下地膜2、5の形成に、DCマグネトロンスパッタリング法を使用し、成膜時のArガス圧を3mTorr、成膜速度は2nm/秒とした。

【0035】その後、DCマグネトロンスパッタリング法よりも成膜時のエネルギーが大きいECR（Electron Cyclotron Resonance）スパッタリング法を用い、この多層下地膜2、5の上に平均膜組成Co-15at.%Cr-12at.%Pt-3at.%Taの磁性膜（膜厚：12nm）を形成した。Cターゲットを除く各ターゲットは純度99.9%であり、各合金薄膜の作製には各組成の合金ターゲットを使用した。上述の各層の膜組成は、それぞれ単層膜を作製してからICPS法（Inductively Coupled Plasma Spectroscopy）を用いて決定した薄膜状態での平均組成である。

【0036】引き続き、作製した薄膜試料をスパッタ装置の加熱ステージに再度搬送し、真空中熱処理を行なった。熱処理は、加熱ステージ内の真空度を $5 \times 10^{-8}$  Torrまで排気したのち、定常温度450℃に加熱し、15分放置したのち、室温まで冷却した。その後、最表面にC保護膜（膜厚：15nm）を室温で成膜した。

【0037】ここで、以上の本発明の実施の形態の記録

媒体を試料Aとし、その評価を明確に示すために、従来構造の記録媒体を比較用の試料Bとして作製した。

【0038】試料Bの構造を図2に示す。試料BではCo-16at.%Cr-4at.%Taを磁性膜3の組成に採用した。このCo-Cr-Ta磁性膜の膜厚は、試料Aと特性比較を行なうため、12nmとした。

【0039】洗浄した磁気ディスク用NiPメッキAl合金基板1をスパッタリング成膜装置に設置し、 $1 \times 10^{-8}$  Torr以下の真空度まで排気したのち、基板1を270℃まで加熱し、定常温度で1時間放置した。この基板1上に、配向制御用下地膜2としてCr膜（膜厚：50nm）、磁気記録膜3としてCo-Cr-Ta磁性膜（膜厚：12nm）、C保護膜4を順次成膜した。各膜の成膜条件は、スパッタリングArガス圧3mTorrとし、DCマグネトロンスパッタリング法を用いて成膜速度2nm/秒で作成した。また、Cターゲットを除く各ターゲットは純度99.9%であり、磁性膜成膜には合金ターゲットを使用した。

【0040】作製した試料A、Bは、記録再生特性を評価したのち、小片に切り出し、膜構造、磁気特性を評価した。媒体薄膜の膜構造は、X線回折法を用いて調べた。 $\theta-2\theta$  X線回折測定の結果、試料Aでは、Cr-Ti下地膜の（200）面反射、及び（200）面反射の約1/10のX線回折強度で（110）面反射が観察された。また、磁性膜は、（11.0）面反射が主反射であり、その他にこのピーク値の約1/15の強度で（10.1）面反射ピークが観察された。

【0041】一方、従来構造の試料Bでは、Cr下地膜の（200）面反射、及びCo-Cr-Ta磁性膜の六方稠密結晶構造の（11.0）面反射が観測された。

【0042】試料Aの結果は、Cr-Ti下地膜の大部分の結晶粒が（100）に配向しているために、この下地膜上にエピタキシャル成長した磁性膜が（11.0）に配向し、また、一部の結晶粒が（110）に配向しているためにその部分に応じて磁性膜が（10.1）に配向して成長したことを示している。ここで、磁性膜の回折面の表示は、4指数表示を用い、第3項を省略表記した。また、Cr下地膜、からの明確なX線回折ピークは確認されなかった。

【0043】両試料の結晶の微細構造を調べるため、電子顕微鏡を用いて磁性膜の平面TEM像を観察した。試料Aでは、平均結晶粒径が約10.5nmであり、一方、従来構造である試料Bでは、平均結晶粒径が約13nmであり、粒径分布が広がっていた。試料Aでは、粒径分布が試料Bに比べて約2割ほど小さくなっていた。また、結晶粒の断面構造に着目すると、Cr-Ti配向制御膜と磁性膜は、結晶格子が連続しており、格子整合によるエピタキシャル成長によって良好な結晶を得ることができたことが判明した。

【0044】結晶粒レベルでの組成分布を調べるため、



空間分解能2nmのEDX分析器(Energy Dispersive X-ray Spectroscopy)を搭載した分析電子顕微鏡を用い、磁性膜の任意の測定点での組成分析を行なった。この結果、試料Aでは、結晶粒界面部でCr元素が25at.%程度の高濃度値を示したのに対し、結晶粒内部では、平均約8at.%の値を示し、膜平均組成に比べ結晶粒内ではCrの含有量が半減していることを示している。即ち、成膜後に熱処理を行なうことにより、磁性結晶粒内から添加元素が結晶粒界面部に拡散・偏析したことが実証され、前記したように、媒体雑音の低減に効果的な構成を得ることができた。

【0045】次に、磁性膜の磁気異方性エネルギーを調べた。ここで、その測定方法について述べる。まず、媒体は多結晶薄膜であり、結晶配向分散等が存在するため、媒体材料の磁気異方性エネルギーを求めることは一般的に困難である。このため、媒体に使用している磁性材料の単結晶薄膜試料を作成し、この単結晶試料の磁気トルクを測定することにより、磁気異方性定数を求める方法があった。一方、媒体試料のまま磁気異方性を求める手法として、媒体の回転ヒステリシス損失の印加磁場依存性を測定し間接的に媒体の異方性磁場を見積もる方法がこれまで一般的に用いられてきた。この手法で求めた異方性磁場は、磁性結晶粒間の磁氣的相互作用や結晶の配向分散の影響を受けやすかった。

【0046】この欠点を補う方法として、媒体膜面45度方向に磁場を印加したときに測定される磁気トルクの\*

$$L_{\dots}(H_{45}) = L_0 - [2L_0/M_s]^2 [L_{\dots}(H_{45})/H_{ex}]^2 \dots (1)$$

この関係式に最小2乗法を用いてフィッティングを行い、定数 $L_0$ と傾き $[2L_0/M_s]^2$ を決定し、両関係式から $L_0$ 、 $M_s$ を求めた。

【0049】試料Aの $T=300K$ での値は、 $L_0=4.6 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ 、 $M_s=540 \text{ emu/cc}$ であり、 $L_0 \geq 2\pi M_s^2$ が成り立つことから、 $K_u=2[L_0-2\pi M_s^2]=5.6 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ と求められ、 $K_u(T=300K) > 3 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ を満足している。温度 $T=325K$ 、 $350K$ 、 $375K$ の各温度で、上記と同様の測定手順で磁気異方性定数を求めると、 $K_u$ は、図4に示すような温度依存性を示す。試料Aの場合、 $T=300K$ から $50K$ の温度上昇により $K_u$ は約10%低下に留まっている。これに対し試料Bは、 $T=300K$ で $K_u=1.2 \times 10^6 \text{ erg/cc}$ であった。また、 $K_u$ の温度変化は、図3に同時に示すように、 $T=300K$ に比べて $T=350K$ で $K_u$ が約20%低下し大幅な減少を示している。

【0050】また、磁化状態の安定性を調べるため、 $K_u/V/k$ 、 $T$ の温度変化を求めると、図5に示すようになった。試料Aは、 $T=300K$ で $K_u/V/k$ 、 $T=140$ であるのに対し、 $T=350K$ では $K_u/V/k$ 、 $T=112$ であり、 $50K$ の温度上昇で $K_u/V/k$ 、 $T$ が約20%減少している。この温度変化による $K_u/V/k$ 、 $T$ の変化

\*大きさを媒体の磁気異方性エネルギーを外挿する方法が近年になり提唱された(第4の米国文献「IEEEトランザクション・オン・マグネティクス(IEEE Transaction on Magnetics)第32巻第5号(1997年9月発行)第4902頁~第4904頁参照)。この方法では、結晶配向分散の影響を統計的に取り入れることにより、従来手法に比べ、測定精度を向上させている。この45度磁気トルク測定法が、実媒体の磁気異方性を測定するうえで、現時点では最適の方法であるので、本試料の測定に採用した。

【0047】試料A、Bについて、磁気トルク計を用いて、 $300K \sim 375K$ の温度範囲で磁気異方性の温度依存性測定を以下の手順で行なった。試料膜面から45度なす方向に磁場が印加されるように試料Aを磁気トルク計に取り付け、試料を $T=300K$ に昇温したのち、印加磁場 $H_{45}$ を $9kOe \sim 13kOe$ の範囲で磁場を $0.5kOe$ 毎に変化させたとき検出される磁気トルク $L_{\dots}(H_{45})$ を測定した。この測定結果より求めた $[L_{\dots}(H_{45})/H_{45}]^2$ と $L_{\dots}(H_{45})$ との関係を図3に示す。本測定の範囲において $[L_{\dots}(H_{45})/H_{45}]^2$ と $L_{\dots}(H_{45})$ との関係は、図3に示すように、ほぼ直線関係とみなすことができることから、式(1)が成立する。同式において、 $L_0$ は $L_{\dots}$ 軸との交点を表わす定数、 $M_s$ は膜平均の飽和磁化である。

【0048】

【数1】

量は、 $1/T$ に比例した減少量と $K_u$ 自体の温度上昇による減少量を加え合わせた結果と一致する。一方、試料Bは、図5に同時に示すように、 $T=300K$ で $K_u/V/k$ 、 $T=85$ であるのに対し、 $T=350K$ では $K_u/V/k$ 、 $T=58$ であり、 $50K$ の温度上昇で $K_u/V/k$ 、 $T$ が30%以上と大幅に減少している。

【0051】以上の磁気記録媒体を用いて構成した磁気記憶装置(磁気記録再生装置)の発明の実施の形態の例を図6に示す。同図において、71は上述の磁気記録媒体であり、媒体71にはサスペンション73で保持された磁気ヘッド72が対向し、磁気情報を電気信号として取り出す。サスペンション73で保持された磁気ヘッド72は、ボイスコイルモータ75で駆動されるアクチュエータ74を通じ、磁気記録媒体71の所定の位置に移動される。この際の位置決めは、位置決め回路77により制御される。

【0052】更に、磁気ヘッド72からの電気信号は、記録再生回路76に導かれる。インタフェース回路78は、本装置に対する電気信号の入出力を中継するものである。また、媒体71は、モータ79により回転する。

【0053】次に、実際に記録した磁化状態の安定性を調べるために、図6の磁気記憶装置を用いて200kF C Iの線記録密度で記録を行ない、記録直後と約100

時間経過後の再生出力の変化を調べた。記録には、トラック幅 $2.5\mu\text{m}$ 、ギャップ長 $0.3\mu\text{m}$ の薄膜ヘッドを、再生には、トラック幅 $2\mu\text{m}$ 、シールド間隔 $0.2\mu\text{m}$ の磁気抵抗効果型ヘッドを使用した。記録時、再生時ともに、ヘッドの浮上量は、媒体保護膜面から $0.06\mu\text{m}$ であり、スライダの基板に対する相対速度は $1\text{m/s}$ とした。

【0054】 $T=300\text{K}$ の定常温度状態で線記録密度 $200\text{kFCI}$ で記録を行なった直後、再生を行なった。 $T=300\text{K}$ の温度を保った状態で100時間放置したのち、再び、 $200\text{kFCI}$ の信号の再生を行なった。記録直後の再生信号出力で規格化すると、試料Aは、100時間後の再生出力は約99%の値を示し、実験誤差を考慮すると、100時間経過後も出力の低下は殆ど見受けられないと云うことができる。

【0055】次に、 $T=350\text{K}$ に昇温した状態で、 $200\text{kFCI}$ の記録を行ない、記録直後と100時間経過後の再生信号の出力を比較した。 $T=350\text{K}$ の場合は、記録直後に比べ、100時間経過後の再生出力は、約2%の減少に過ぎず、記録磁化状態は充分安定であっ

た。【0056】一方試料Bは、 $T=300\text{K}$ の場合、記録直後に比べ100時間経過後の再生出力は約5%低下し、更に、 $T=350\text{K}$ では、約12%の出力低下が観測された。以上の結果から、試料Bを磁気記憶装置に組

\* み込んだ場合、記録ビットの充分な経年安定性を実現することができないことが判明した。

【0057】

【発明の効果】本発明により、装置の動作温度範囲で磁気異方性エネルギーの温度変化が小さく、かつ、媒体雑音が少ないほか、記録再生特性の経年変化が少ない高密度記録に好適な磁気記録媒体を提供することができる。この磁気記録媒体を用いることにより、信頼性の高い大容量の磁気記憶装置を実現することができる。

10 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る磁気記録媒体を説明するための構造図。

【図2】比較に用いた従来技術による磁気記録媒体の構造図。

【図3】45度の方向に磁界を印加した場合の磁気トルクを説明するための曲線図。

【図4】測定した磁気異方性定数の温度変化を説明するための曲線図。

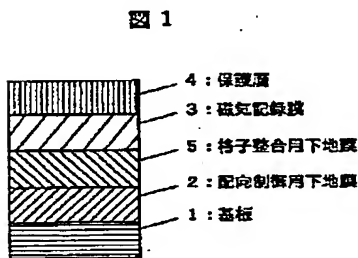
【図5】磁気異方性エネルギーの熱振動エネルギーに対する比の温度依存性を説明するための曲線図。

【図6】本発明の磁気記録媒体を用いた磁気記憶装置を説明するための構造図。

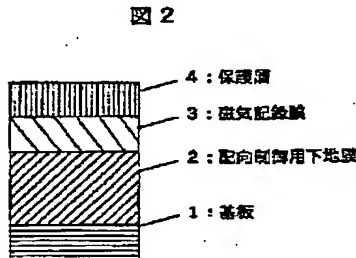
【符号の説明】

1…基板、2…配向制御用下地膜、3…磁気記録膜、4…保護膜、5…格子整合用下地膜。

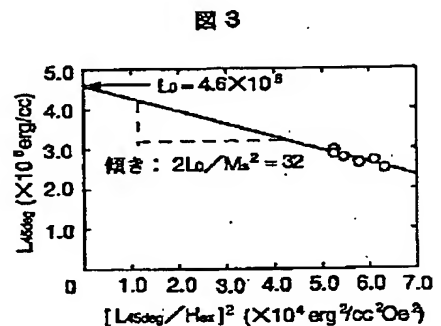
【図1】



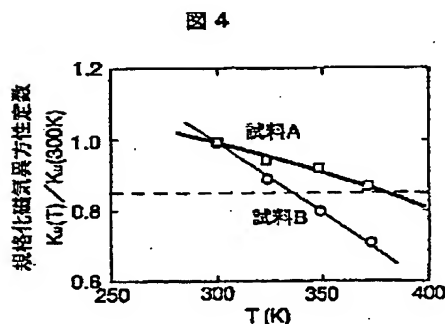
【図2】



【図3】



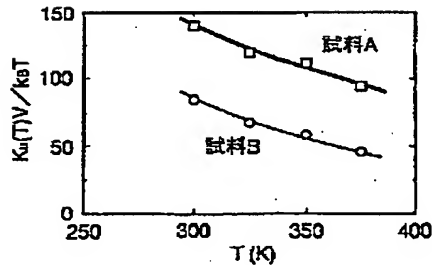
【図4】





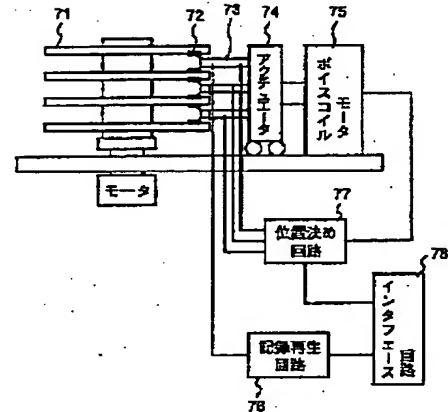
【図5】

図 5



【図6】

図 6



## 【手続補正書】

【提出日】平成12年2月2日(2000. 2. 2)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正内容】

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 絶対温度Tが300Kのときの磁気異方性定数 $K_u$ が

$$K_u(T=300K) \geq 3.6 \times 10^5 \text{ erg/cc}$$

であり、かつ、膜面内方向での磁性結晶粒の面積と等面積である円の直径で定義した磁性結晶粒の平均粒径dが  $5\text{nm} < d < 12\text{nm}$

であり、かつまた絶対温度Tが300Kのときの磁気異方性定数 $K_u(T=300K)$ と絶対温度Tが350Kのときの磁気異方性定数 $K_u(T=350K)$ との間で、

$$K_u(T=350K) / K_u(T=300K) \geq 0.85$$

を満足する磁気記録膜を備えたことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項2】 絶対温度Tが300Kのときの磁気異方性定数 $K_u$ が

$$K_u(T=300K) \geq 3.6 \times 10^5 \text{ erg/cc}$$

であり、かつ膜面内方向での磁性結晶粒の面積と等面積である円の直径で定義した磁性結晶粒の平均粒径dが  $5\text{nm} < d < 12\text{nm}$

であり、かつまた磁性結晶粒の平均体積をVとして、磁性結晶粒が持つ磁気異方性定数 $K_u$ と平均体積Vとの積の、ボルツマン定数 $k_B$ と絶対温度Tとの積で与えられ

る熱振動エネルギーに対する比が、絶対温度Tが300Kのときと350Kのときとで、

$$[K_u V / k_B T] (T=350K) / [K_u V / k_B T] (T=300K) \geq 0.73$$

を満足する磁気記録膜を備えたことを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項3】 前記磁気記録膜は、磁性結晶粒の平均体積をVとして、磁性結晶粒が持つ磁気異方性定数 $K_u$ と平均体積Vとの積の、ボルツマン定数 $k_B$ と絶対温度Tとの積で与えられる熱振動エネルギーに対する比が

$$[K_u V / k_B T] (T=350K) > 85$$

であることを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 磁気記録膜を有する磁気記録媒体を備えた磁気記憶装置であって、前記磁気記録膜は、絶対温度Tが300Kのときの磁気異方性定数 $K_u$ が

$$K_u(T=300K) \geq 3.6 \times 10^5 \text{ erg/cc}$$

であり、かつ、膜面内方向での磁性結晶粒の面積と等面積である円の直径で定義した磁性結晶粒の平均粒径dが  $5\text{nm} < d < 12\text{nm}$

であり、かつまた絶対温度Tが300Kのときの磁気異方性定数 $K_u(T=300K)$ と絶対温度Tが350Kのときの磁気異方性定数 $K_u(T=350K)$ との間で、

$$K_u(T=350K) / K_u(T=300K) \geq 0.85$$

を満足することを特徴とする磁気記憶装置。

【請求項5】 磁気記録膜を有する磁気記録媒体を備えた磁気記憶装置であって、前記磁気記録膜は、絶対温度Tが300Kのときの磁気異方性定数 $K_u$ が

$K_u (T=300K) \geq 3.6 \times 10^6 \text{ erg/cc}$   
 であり、かつ、膜面内方向での磁性結晶粒の面積と等面積である円の直径で定義した磁性結晶粒の平均粒径  $d$  が  $5 \text{ nm} < d < 12 \text{ nm}$   
 であり、かつまた磁性結晶粒の平均体積を  $V$  として、磁性結晶粒が持つ磁気異方性定数  $K_u$  と平均体積  $V$  との積の、ボルツマン定数  $k_B$  と絶対温度  $T$  との積で与えられる熱振動エネルギーに対する比が、絶対温度  $T$  が  $300 \text{ K}$  のときと  $350 \text{ K}$  のときで、

\*

$$* \frac{[K_u V / k_B T] (T=350K)}{[K_u V / k_B T] (T=300K)} \geq 0.73$$

を満足することを特徴とする磁気記憶装置。

【請求項6】 磁気記録膜を有する磁気記録媒体の製造方法であって、前記磁気記録膜を ECR (electron cyclotron resonance) スパッタリング法によって製膜し、前記磁気記録膜の製膜後に熱処理を行なうことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

フロントページの続き

(72)発明者 竹内 輝明  
 東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目280番地  
 株式会社日立製作所中央研究所内  
 (72)発明者 五十嵐 万寿和  
 東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目280番地  
 株式会社日立製作所中央研究所内

(72)発明者 ▲高▼橋 由夫  
 東京都国分寺市東恋ヶ窪一丁目280番地  
 株式会社日立製作所中央研究所内  
 Fターム(参考) 5D006 BB02 BB07 CA01 CA06 DA03  
 EA03 FA09  
 5D112 AA03 AA05 AA11 AA24 BB05  
 BB06 BD04 FA04  
 5E049 AA04 AA09 AC00 BA06 DB04  
 DB12 DB20

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record.**

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**